

[First Hit](#)

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)



Generate Collection

Print

L5: Entry 7 of 26

File: JPAB

Aug 2, 1988

PUB-NO: JP363186865A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63186865 A

TITLE: CRUCIBLE FOR VAPOR DEPOSITION

PUBN-DATE: August 2, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

UCHIUMI, MASAHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

IBIDEN CO LTD

APPL-NO: JP62019355

APPL-DATE: January 28, 1987

US-CL-CURRENT: 118/726

INT-CL (IPC): C23C 14/24

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve the durability of a crucible for molten Al, etc., by coating a soln. of polycarbosilane to a graphite crucible having specific porosity as said crucible and drying the coating, then heating the crucible in an inert atmosphere, thereby thermally decomposing the polycarbosilane and converting the same to SiC.

CONSTITUTION: The crucible for molten Al, Ag, etc., to be used at the time of vapor deposition of said metals is produced of the graphite which is so adjusted that the ratio to be occupied by 50~6,000 μ m; pores among the pore size measured by a mercury penetration method is $\geq 25\%$ and the porosity thereof is $\leq 15\%$. The 10~20% soln. of the polycarbosilane contg. n-hexane as a solvent is coated and impregnated on and in such graphite crucible and is then dried at 200~350°C in air; following which the crucible is heated at 800~1,500°C to thermally decompose the polycarbosilane and to form the SiC film. Since said film has extremely low affinity to the molten Al, etc., the creeping up of the molten Al, etc., onto the top end face of the crucible or the deposition of said metals onto the top end face and sagging thereof to the outer side face to erode the graphite crucible are obviated and the graphite crucible which withstands long-term use is obtd.

COPYRIGHT: (C)1988, JPO&Japio

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-186865

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)8月2日

C 23 C 14/24

8520-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 蒸着用ルツボ

⑯ 特 願 昭62-19355

⑰ 出 願 昭62(1987)1月28日

⑱ 発 明 者 内 海 雅 広 岐阜県不破郡垂井町1073

⑲ 出 願 人 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 広江 武典

明 細 書

1. 発明の名称

蒸着用ルツボ

2. 特許請求の範囲

水銀圧入法により測定される気孔径の内、50 Å～6000 Åの気孔の占める割合が25%以上であり、かつその気孔率が15%以下である黒鉛材からなる蒸着用ルツボの一部又は全部に有機ケイ素化合物であるポリカルボシランを塗布又は含浸し、前記ポリカルボシランより炭化珪素の被膜を形成したことを特徴とする蒸着用ルツボ。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用性)

本発明は、アルミニウム或いは銅などの熔融金属を高真空下で蒸発させ、フィルムもしくはシート状物などの材料表面にこれらの金属を沈着させる、いわゆる金属蒸着の際に用いられるルツボ(以下蒸着ルツボという)の発明に関するも

のである。

(従来の技術とその問題)

このような目的を果し得る蒸着用ルツボとしては、例えばアルミニウム蒸着の場合、1200℃～1500℃の高温で且つ 10^{-4} ～ 10^{-6} mmHgの高真空下での使用に耐える材料でなければならないので、通常は種々の処理、例えば酸化アルミニウムの含浸等をした黒鉛質の材料が用いられていた。この黒鉛質の蒸着ルツボを繰り返し使用していくとその内部、特に底側部が侵蝕され、遂には穴があいてその使用が不可能となることがあった。

それゆえ、多くの場合は熔融アルミニウムが、その使用中に上端部へ這い上り或いは上端面に沈積し、これらが蒸着ルツボの外側面部へ垂れ下り、ここで熔融アルミニウムと黒鉛との化学反応が起って、この部分が侵蝕され、側面部の肉厚が減少もしくは割れを生じて、遂にはその使用が不

可能となる。

したがって、アルミニウムの蒸着ルツボ側面部への垂れ下がり、前述のように蒸着ルツボや、カーボンファイバー等からなる断熱材の寿命(使用回数)を短くし、そのコスト高をきたすのみならず、蒸着用ルツボに割れを生じた場合には、高温の熔融アルミニウムが流出して高価な真空蒸着装置を汚したり、さらにこれが著しい場合には、かかる装置を損傷することもあり、安全上でも好ましくない。

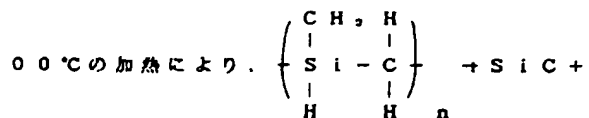
このような蒸着ルツボの破損に伴って製品としての、フィルムやシートも蒸着が完全に行われないうために、その商品価値を失い多大の損失をきたすことになる。

(問題点を解決するための手段及び作用)

本発明者らは、上記の問題点を解決すべく永年研究の結果、従来のものに比較し耐久性にすぐれた蒸着用ルツボを工夫するに至り本発明を完成す

造にすると、熔融アルミニウムとのなじみが極めて少ないために、これを乗り越えて外側部へ進行することができず、もとのルツボ内へ戻されて外側面に垂れ下がることは、ほとんど無くなることとが判明している。一方、従来のSiC化の方法には、(1)コンバージョン法と(2)SiC-CVDコーティング法とがある。その生成条件はきわめて困難を伴うものであり、多大の経験と設備を必要としていた。

これに対し、本発明におけるポリカルボシランは、200～350℃の空気乾燥、800～15

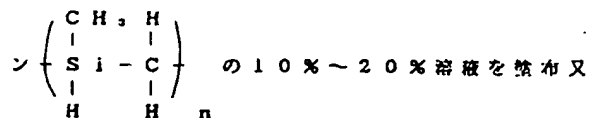


$\text{CH}_4 + \text{H}_2$ のごとく容易にSiC化に転化することができ、しかも溶液濃度を10～20%とすることにより効果的に良く処理ができる。

濃度が10%以下の時は生成するSiC化の量

に至った。

すなわち、本発明は、水銀圧入法により測定される気孔径の内、50Å～6000Åの気孔の占める割合が25%以上であり、かつその気孔率を15%以下に調整した黒鉛材からなる蒸着ルツボの一部又は全部に溶液に溶かしたポリカルボシラ



は含浸し、200～350℃で空气中乾燥した後、不活性雰囲気中800℃～1500℃で加熱することにより、基材表面あるいは、空隙部に被覆されたポリカルボシランが熱分解により炭化硅素被膜を形成(以下、SiC化という)して熔融金属の這い上り、又は、ルツボの侵蝕を防止してその使用回数を向上させようとするものである。

本発明者らによれば、蒸着用ルツボの表層あるいは、空隙部又は基材自体をSiC化してなる構

造が少ないため効率は悪く、また溶液濃度が20%を越えると粘度が高くなり、塗布又は、含浸が不均一になるという問題が発生する。溶液濃度が10～20%の場合には、ルツボ表層部への塗布あるいは、ボア部への含浸は、スムーズに行われ、1～数回の処理で充分耐久性にすぐれた蒸着用ルツボとなり、濃度管理は非常に重要なポイントであることを見出した。

また、蒸着用ルツボの黒鉛材を水銀圧入法により測定される気孔径の内、50Å～6000Åの気孔の占める割合を25%以上、かつその気孔率を15%以下に調整することにより、効率よくポリカルボシラン溶液の塗布及び含浸を行うことができ、耐久性の飛躍的効果が現れるものである。

一方、気孔径の50Å～6000Åの占める割合が25%以下、あるいは、気孔率が15%以上となると、ポリカルボシラン溶液のくり返し処理が必要であると共にSiC化の後も空隙が残る状

態となり、耐久性の大きな向上は望めないものである。

(実施例)

以下本発明の実施例について説明する。

実施例 1

水銀圧入法による気孔径の内、 $50 \text{ \AA} \sim 6000 \text{ \AA}$ の気孔の占める割合が65%であり、気孔率が7%の蒸着用ルツボに、ポリカルボシランをn-ヘキサンに溶かした15%溶液を含浸し、空气中250℃で乾燥した後1200℃に加熱処理し、アルミニウム蒸着の実用試験に供したところ、平均使用回数60回で外側面の侵蝕は軽微であったが、内面下部の侵蝕が進み肉厚が薄くなったため使用を中止した。

実施例 2

水銀圧入法による気孔径の内、 $50 \text{ \AA} \sim 6000 \text{ \AA}$ の気孔の占める割合が50%であり、気孔率が11%の蒸着用ルツボに、ポリカルボシランを

n-ヘキサンに溶かした18%溶液を含浸し、さらに這い上り防止効果を増すため、同溶液を上端部に塗布した後、空气中250℃で乾燥し1200℃に加熱して、アルミニウム蒸着の実用試験に供したところ平均使用回数は、58回で外側面の侵蝕はほとんど無かったが、内面下部の侵蝕が進んだため中止した。

(比較例)

気孔率が18%、 $50 \text{ \AA} \sim 6000 \text{ \AA}$ の気孔の占める割合が20%の蒸着用ルツボに酸化アルミニウムを含浸処理して得られたルツボを、アルミニウム蒸着の実用試験に供したところ、平均使用回数が25回でその外側面が、アルミニウムに侵蝕され使用不可能となった。

(発明の効果)

以上のごとく本発明は、気孔径及び気孔率を調整した黒鉛材からなる蒸着用ルツボに、ポリカルボシラン溶液を塗布あるいは含浸して容易にSi

C化に転化することにより、アルミ蒸着用ルツボの耐久性の向上に、絶大な効果を現し、極めて有用なものである。

以 上

特許出願人

イビデン株式会社

代 理 人

弁理士 廣江武典